「19]中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl7

CO8J 3/12 A61F 13/15

# [12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 00122446.8

[43]公开日 2001年1月31日

[11]公开号 CN 1281869A

[22]申请日 2000.7.26 [21]申请号 00122446.8

[30]优先权

[32]1999.7.26 [33]JP[31]210222/1999

[71]申请人 株式会社日本触媒

地址 日本大阪府

[72]发明人 初田卓己 木村一树 三宅浩司

后藤江利 和田克之

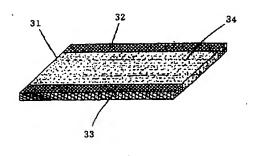
[74]专利代理机构 上海专利商标事务所 代理人 周承泽

权利要求书1页 说明书21页 附图页数3页

#### [54]发明名称 吸水组合物及其用途

#### [57] 摘要

本发明提供一种吸水组合物及其用途,它可以使包括吸水组合物和亲水性纤维的吸收制品中,含高浓度该吸水组合物的部分具有过量液体渗透缓冲作用。该组合物包括吸水树脂和过量液体渗透缓冲剂,吸水树脂是包括进一步交联已交联聚合物的表面附近步骤的方法的产物,其特点是液体渗透缓冲指数不小于0.4,具有负荷下吸收结构中不小于25克/克的吸收容量,平均粒径为200-600微米,所述吸水组合物中粒径小于106微米的颗粒比例不大于5%重量。



BEST AVAILABLE COPY

知识产权出版社出版

# 权 利 要 求 书

- 1.一种吸水组合物,它包括吸水树脂和过量液体渗透缓冲剂,其中吸水树脂是包括进一步交联已经交联的聚合物的表面附近步骤的方法的产物,所述的吸水组合物的特点是其液体渗透缓冲指数不小于 0.4,具有负荷下吸收结构中不小于 25 克/克的吸收容量,其平均粒径在 200-600 微米范围,所述吸水组合物中粒径小于 106 微米的颗粒的比例不大于 5%重量。
- 2.如权利要求 1 所述的吸水组合物, 其特征还在于所述吸水组合物具有无负荷下不小于 35 克/克的吸收容量。
- 3.如权利要求 1 或 2 所述的吸水组合物,其特征还在于所述吸水组合物具有不小于 0.5 的液体渗透缓冲指数。

10

20

- 4.如权利要求 1-3 中任一权利要求所述的吸水组合物, 其特征还在于所述吸水组合物具有负荷下吸收结构中不小于 30 克/克的吸收容量。
- 5.如权利要求 1-4 中任一权利要求所述的吸水组合物,其特征还在于所述吸水 15 树脂具有无负荷下不小于 37 克/克的吸收容量,以及负荷下不小于 32 克/克的吸收容量。
  - 6.如权利要求 1-5 中任一权利要求所述的吸水组合物,其特征还在于对每 100 重量份吸水树脂,所述过量液体渗透缓冲剂的比例为 0.001-20 重量份。
  - 7.如权利要求 1-6 中任一权利要求所述的吸水组合物, 其特征还在于所述过量液体渗透缓冲剂为颗粒形式, 其粒径不大于所述吸水树脂的 1/5。
    - 8.一种吸收制品,它包括如权利要求 1-7 中任一权利要求所述的吸水组合物。

i

另外,对吸收结构的用途没有特别的限制,但是,吸收结构宜用于包括液体可渗透片、液体不渗透片和带式固定装置的吸收制品。当吸收结构用于吸收制品时,从中心部分吸收的含水液体(如体液)扩散到侧边部分。侧边部分含有高浓度的本发明的吸水组合物,可抑制含水液体的扩散,防止液体从侧边部分泄漏。

如果上述结构的吸收制品用于一次性尿布,则制得的一次性尿布的回潮和液体泄漏很小,不会令穿戴者感觉不舒适,因为本发明的吸水组合物的液体渗透缓冲指数不小于 0.4,具备不小于 25 克/克的负荷下吸收结构中的吸收容量,其平均粒径在200-600 微米范围,还因为吸水组合物中平均粒径小于 106 微米的颗粒比例不大于 5%(重量)。

而且,发现,使用本发明吸水组合物的吸收制品在吸收含水液体时颗粒间或颗粒与纤维间达成弱的粘合,因此还具备优良的保形性。

本发明的吸水组合物在吸收制品中显示高的吸收容量,并且在吸水组合物颗粒紧密粘合时,在高浓度部分显示过量液体渗透缓冲作用。因此,它所具有的优点是:即使含水液体瞬时大量注入吸收制品,也可以防止含水液体由于其在吸收制品中扩散速度过快,而从吸收制品的边缘部分漏出,结果可保留大量的含水液体。

本发明的吸收制品涉及使用本发明的吸水组合物,尽管在吸收制品内具有极高的水吸收,几乎没有液体从吸收制品的外围泄漏。

通过比较下面一些优选实施方案的实施例与非本发明的比较例,更详细地说明本发明。然而,这些实施例不构成对本发明的限制。

#### 实施例1

5

10

15

20

30

制备反应溶液,将 5.91 克聚乙二醇二丙烯酸酯(作为内交联剂)(环氧乙烷加成的平均摩尔数=8)溶入 5,500 克 35.5%(重量)丙烯酸钠水溶液(亲水性不饱和单体),其中和率为 75%(摩尔)。之后,该溶液在氮气氛下脱气 30 分钟(在该溶液中通入氮气 30分钟,以除去溶解在该溶液中的氧),然后将制得的溶液供给反应器,该反应器装有不锈钢制成的夹套的双臂捏合机,容量为 10 升,有两个o形桨叶。在保持反应溶液为 30℃的同时,用氮气取代系统内的空气。

随后,搅拌反应溶液,同时加入包括 2.67 克过硫酸钠和 0.011 克 L-坏血酸的组合的聚合反应引发剂,约 1 分钟后开始聚合反应。然后,引发聚合反应后,在 20-80 ℃范围进行 60 分钟的聚合反应,完成聚合反应后,制得水凝胶聚合物。

将制得的水凝胶聚合物细分散为约 5 毫米直径。将细分散的水凝胶聚合物铺到 50 目的金属网(筛孔尺寸=300 微米) 上,然后于 170℃,用热空气干燥 65 分钟。用

振动磨粉碎干燥后的产物,然后用筛孔开口尺寸为 500 微米和 425 微米的金属筛分 级,因此制得粒径为500-425 微米的吸水树脂前体。

100 重量份制得的吸水树脂前体与包括 0.03 重量份乙二醇二缩水甘油醚、1 重 量份丙二醇、3 重量份水和 1 重量份异丙醇的表面交联剂水溶液混合。制得的混合 物于 205℃加热 4 小时,制得吸水树脂。

100 重量份吸水树脂与 2.5 重量份作为过量液体渗透缓冲剂的交联的丙烯酸聚合 物(商品名: Carbople 934 P; 由 B.F. Goodrich Company 生产; 其 1%(重量)水溶液粘 度=40,000cP(1cP=10<sup>-3</sup>Pa·s)(1%(重量)水溶液粘度=40Pa·s))干法掺混,获得本发 明的吸水组合物。

制得的吸水组合物的无负荷下吸收容量和液体渗透缓冲指数分别为 36 克/克和 0.5, 负荷下吸收结构中吸水组合物的吸收容量为 31 克/克。另外, 该吸水组合物的 粒径与吸水树脂前体几乎没有改变,在 500-425 微米范围。

#### 实施例2

5

10

15

20

25

30

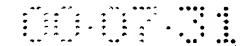
按照与实施例 1 相同的方式制得吸水组合物,不同之处,是加入的交联丙烯酸 聚合物(商品名: Carbople 934 P; 由 B.F. Goodrich Company 生产; 其 1%(重量)水溶 液粘度=40,000cP(1%(重量)水溶液粘度=40Pa·s))量改变为 5 重量份。制得的吸水 组合物的无负荷下吸收容量和液体渗透缓冲指数分别为 36 克/克和 0.8, 负荷下吸收 结构中吸水组合物的吸收容量为 30 克/克。另外,该吸水组合物的粒径在 600-425 微 米范围,吸水组合物中粒径小于106 微米的颗粒比例小于1%(重量)。

#### 实施例3

按照与实施例 1 相同的方式制得吸水组合物,不同之处,是加入的过量液体渗 透缓冲剂的种类变为交联的丙烯酸聚合物(商品名: Junron PW-150; 由 Nippon Pure Chemical Industries 生产; 其 1%(重量)水溶液粘度=95,000cP(1%(重量)水溶液粘度 =95Pa·s)), 其量变为 2 重量份。制得的吸水组合物的无负荷下吸收容量和液体渗 透缓冲指数分别为 37 克/克和 0.5, 负荷下吸收结构中吸水组合物的吸收容量为 32 克/克。另外,该吸水组合物的粒径与吸水树脂前体几乎没有改变,在 500-425 微米 范围。

## 实施例 4

按照与实施例 3 相同的方式制得吸水组合物,不同之处,是加入作为过量液体



渗透缓冲剂的的交联丙烯酸聚合物(商品名: Junron PW-150; 由 Nippon Pure Chemical Industries 生产; 其 1%(重量)水溶液粘度=95,000cP(1%(重量)水溶液粘度=95Pa·s)) 量改变为 5 重量份。制得的吸水组合物的无负荷下吸收容量和液体渗透缓冲指数分别为 36 克/克和 1,负荷下吸收结构中吸水组合物的吸收容量为 30 克/克。另外,该吸水组合物的粒径在 600-425 微米范围,吸水组合物中粒径小于 106 微米的颗粒比例小于 1%(重量)。

#### 实施例 5

5

10

15

25

30

在 100 重量份按照实施例 1 制得的吸水树脂中加入并混合 5 重量份交联的丙烯酸聚合物(商品名: Carbople 934 P; 由 B.F. Goodrich Company 生产; 其 1%(重量)水溶液粘度=40,000cP(1%(重量)水溶液粘度=40Pa・s))(作为过量液体渗透缓冲剂)。然后该混合物与包括 3 重量份水和 3 重量份异丙醇的水溶液混合,用水造粒。制得的混合物于 80℃固化 30 分钟,然后使其通过 600 微米筛孔的筛,制得本发明的吸水组合物。制得的吸水组合物的无负荷下吸收容量和液体渗透缓冲指数分别为 38 克/克和 0.5,负荷下吸收结构中吸水组合物的吸收容量为 31 克/克。另外,该吸水组合物的粒径在 600-425 微米范围。

#### 比较例1

取实施例 1 制得的吸水树脂作为比较用吸水剂(比较吸水剂(1))。采用上述方法 20 测量比较吸水剂的性能。吸水剂(比较吸水剂(1))的无负荷下吸收容量和液体渗透缓 冲指数分别为 37 克/克和 0.3,负荷下吸收结构中吸水剂(比较吸水剂(1))的吸收容量 为 32 克/克。

#### 实施例 6

制备反应溶液,将 2.22 克聚乙二醇二丙烯酸酯(作为内交联剂)(环氧乙烷加成的平均摩尔数=8)溶解到 5,500 克 37%(重量)丙烯酸钠水溶液(亲水性不饱和单体),其中和率为 75%(摩尔)。之后,该溶液在氮气氛下脱气 30 分钟(在该溶液中通入氮气 30 分钟,以除去溶解在该溶液中的氧),然后将制得的溶液供给反应器,该反应器装有不锈钢制成的夹套的双臂捏合机,容量为 10 升,有两个o形桨叶。保持反应溶液为25℃,同时用氮气取代系统内的空气。

随后,搅拌反应溶液,同时加入包括 2.4 克过硫酸钠和 0.12 克 L-坏血酸的组合的聚合反应引发剂,约 1 分钟后开始聚合反应。然后,引发聚合反应后,在 25-95  $\mathbb{C}$ 

范围进行聚合反应,引发聚合反应后 40 分钟完成聚合反应后,制得水凝胶聚合物。

将制得的水凝胶聚合物细分散为约 5 毫米直径。将细分散的水凝胶聚合物铺到 50 目的金属网(筛孔尺寸=300 微米),然后于 170℃,用热空气干燥 70 分钟。用振动磨粉碎干燥后产物,然后分级,制得不规则分散形状的吸水树脂前体(a)。

100 重量份制得的吸水树脂前体(a)与包括 0.8 重量份丙二醇、0.03 重量份乙二醇二缩水甘油醚、2.5 重量份水和 0.8 重量份乙醇的表面交联剂水溶液混合。制得的混合物于 195℃加热 45 分钟,制得吸水树脂(a),其无负荷下吸收容量为 46 克/克,负荷下吸收容量为 36 克/克,平均粒径 350 微米,粒径小于 106 微米的颗粒的比例为 1%(重量)。

在 100 克制得的吸水树脂(a)中加入 0.3 克细颗粒的亲水性二氧化硅(商品名: Aerosil 200(初级颗粒的平均粒径=约 12nm);由 Nipoon Aerosil Co., Ltd.生产)(作为过量液体渗透缓冲剂),并混合(干法掺混),获得本发明的吸水组合物(6)。制得的吸水组合物(6)的平均粒径与吸水树脂(a)几乎没有改变,仍为 350 微米,粒径小于 106 微米的颗粒的比例为 1%(重量)。

采用上述方法测定吸水组合物的性能。结果列于表 1。

#### 实施例7

5

10

15

20

25

在 100 重量份上面实施例 6 制得的吸水树脂(a)中加入 0.1 克细颗粒的亲水性二氧化硅(商品名: Aerosil 200(初级颗粒的平均粒径=约 12nm); 由 Nipoon Aerosil Co., Ltd.生产)(作为过量液体渗透缓冲剂),并混合(干法掺混),获得本发明的吸水组合物(7)。制得的吸水组合物(7)的平均粒径与吸水树脂(a)几乎没有改变,仍为 350 微米,粒径小于 106 微米的颗粒的比例为 1%(重量)。

采用上述方法测定吸水组合物的性能。结果列于表 1。

#### 实施例8

在 100 重量份上面实施例 6 制得的吸水树脂(a)中加入 0.2 克细颗粒的亲水性二氧化硅(商品名: Aerosil RA200HS; 由 Nipoon Aerosil Co., Ltd.生产)(作为过量液体渗透缓冲剂),并混合(干法掺混),获得本发明的吸水组合物(8)。制得的吸水组合物(8)的平均粒径与吸水树脂(a)几乎没有改变,仍为 350 微米,粒径小于 106 微米的颗粒 00 的比例为 1%(重量)。

采用上述方法测定吸水组合物的性能。结果列于表 1。



#### 实施例9

在 100 重量份上面实施例 6 制得的吸水树脂(a)中加入 1.5 克聚乙烯亚胺(重均分子量=10,000)(商品名: Epomin SP-200; 由 Nipoon Aerosil Co., Ltd.生产)(作为过量液体渗透缓冲剂),并混合(干法掺混),获得本发明的吸水组合物(9)。制得的吸水组合物(9)的平均粒径为 380 微米,粒径小于 106 微米的颗粒的比例为 1%(重量)。

采用上述方法测定吸水组合物的性能。结果列于表 1。

#### 实施例 10

5

10

15

20

25

30

制备反应溶液,将 4.46 克聚乙二醇二丙烯酸酯(作为内交联剂)(环氧乙烷加成的 平均摩尔数=8)加入到 5,500 克 33%(重量)丙烯酸钠水溶液(亲水性不饱和单体),其 中和率为 75%(摩尔)。之后,该溶液在氦气氛下脱气 30 分钟(在该溶液中通入氦气 30 分钟,以除去溶解在该溶液中的氧),然后将制得的溶液供给反应器,该反应器装有不锈钢制成的夹套的双臂捏合机,容量为 10 升,有两个o形桨叶。保持反应溶液为 25℃,同时用氦气取代系统内的空气。

随后,搅拌反应溶液,同时加入包括 2.4 克过硫酸铵和 0.12 克 L-坏血酸的组合的聚合反应引发剂,约 1 分钟后开始聚合反应。然后,引发聚合反应后,在 25-95℃ 范围进行 40 分钟的聚合反应,完成该反应,制得水凝胶聚合物。

将制得的水凝胶聚合物细分散为约 5 毫米直径。将细分散的水凝胶聚合物喷到 50 目的金属网(筛孔尺寸=300 微米),然后于 170℃,用热空气干燥 70 分钟。用振动磨粉碎干燥后产物,然后分级,制得不规则分散形状的吸水树脂前体(b)。

100 重量份制得的吸水树脂前体(b)与包括 0.7 重量份丙二醇、0.02 重量份乙二醇二缩水甘油醚、2 重量份水和 0.7 重量份乙醇的表面交联剂水溶液混合。制得的混合物于 185℃加热 40 分钟,制得吸水树脂(b),其无负荷下吸收容量为 43 克/克,负荷下吸收容量为 32 克/克,平均粒径 430 微米,粒径小于 106 微米的颗粒的比例为 3%(重量)。

在 100 克制得的吸水树脂(b)中加入 0.3 克细颗粒的亲水性二氧化硅(商品名: Aerosil 200(初级颗粒的平均粒径=约 12nm);由 Nipoon Aerosil Co., Ltd.生产)(作为过量液体渗透缓冲剂),并混合(干法掺混),获得本发明的吸水组合物(10)。制得的吸水组合物(10)的平均粒径与吸水树脂(b)几乎没有改变,仍为 430 微米,粒径小于 106 微米的颗粒的比例为 3%(重量)。

采用上述方法测定吸水组合物的性能。结果列于表 1。

## 比较例 2

10

15

20

制备反应溶液,将 2.72 克三羟甲基丙烷三丙烯酸酯(作为内交联剂)加入到 4,400 克 37%(重量)丙烯酸钠水溶液(亲水性不饱和单体), 其中和率为 75%(摩尔)。之后, 该溶液在氮气氛下脱气 30 分钟(在该溶液中通入氮气 30 分钟,以除去溶解在该溶液 中的氧),然后将制得的溶液供给和实施例 6 相同的反应器。保持反应溶液为 30℃, 同时用氮气取代系统内的空气。

随后,搅拌反应溶液,同时加入包括 1.1 克过硫酸钠和 1.1 克亚硫酸钠的组合的 聚合反应引发剂,约1分钟后开始聚合反应。然后,引发聚合反应后,在30-80℃范 围进行 40 分钟的聚合反应,完成该反应,制得水凝胶聚合物。

将制得的水凝胶聚合物细分散为约 5 毫米直径。将细分散的水凝胶聚合物喷到 50 目的金属网(筛孔尺寸=300 微米), 然后于 150℃, 用热空气干燥 120 分钟。用锤 磨机粉碎干燥后产物,然后分级,制得不规则分散形状的吸水树脂前体(c)。

100 重量份制得的吸水树脂前体(c)与包括 1 重量份丙二醇、0.05 重量份乙二醇 二缩水甘油醚、3 重量份水和 0.7 重量份异丙醇的表面交联剂水溶液混合。制得的混 合物于 175℃加热 40 分钟,制得吸水树脂(c),其无负荷下吸收容量为 40 克/克,负 荷下吸收容量为 32 克/克,平均粒径 350 微米,粒径小于 106 微米的颗粒的比例为 8 %(重量)。

在 100 克制得的吸水树脂(c)中加入 1 克细颗粒的亲水性二氧化硅(商品名: Aerosil 200(初级颗粒的平均粒径=约 12nm); 由 Nipoon Aerosil Co., Ltd.生产)(作为过量液体 渗透缓冲剂),并混合(干法掺混),获得比较吸水组合物(2)。制得的比较吸水组合物(2) 的平均粒径与吸水树脂(c)几乎没有改变,仍为 350 微米,粒径小于 106 微米的颗粒 的比例为8%(重量)。

采用上述方法测定吸水组合物的性能。结果列于表 1。



表 1

	无负荷下	液体渗透	负荷下吸收结	平均粒径	粒径小于 106
	吸收容量	缓冲指数	构中吸收容量	(微米)	微米颗粒比例
	(克/克)		(克/克)		(重量%)
实施例 1	36	0.5	31	463	0
实施例 2	36	0.8	30	513	<1
实施例 3	37	0.5	32	463	0.
实施例 4	38	1	30	513	<1
实施例 5	38	0.5	31	513	0
实施例 6	46	0.59	35.7	350	1
实施例 7	46	0.61	35.2	350	1
实施例 8	45	0.63	35.0	350	1
实施例 9	43	0.67	32.0	380	1
实施例 10	43	0.83	31.0	430	3
比较例 1	37	0.3	32	463	0
比较例 2	37	0.59	28.0	350	8

#### 实施例 11

5

10

15

由实施例 1 制得的吸水组合物以及通常由于卫生材料如一次性尿布的粉碎木材的纸浆制造吸收结构。这种吸收结构的尺寸为 120×400 毫米,包括宽 1 厘米的外围部分和 100×380 毫米的中心部分,在外围部分和中心部分分别具有 75%(重量)和 50%(重量)的吸水组合物浓度。制造吸收结构的方法具体如下。用混合器,以干法将 75重量份吸水组合物和 25 重量份粉碎木材纸浆(作为亲水性纤维)混合在一起,制得吸收结构的外围部分,然后将制得的混合物成型为料片的外围部分,它具有 0.094 克/厘米²的基量。另外,通过在混合器中采用干法混合 50 重量份吸水组合物和 50 重量份粉碎木材纸浆(作为亲水性纤维),制得吸收结构的中心部分,然后将其成型为上述料片的中心部分,其基量为 0.047 克/厘米²。制得的料片在 2kg/cm²(=约 196kPa)压力下压制 1 分钟,由此制得吸收结构。

之后,将带有所谓腿裥(leg gather)的不渗透液体的聚丙烯的背衬片(不渗透液体片)、上面的吸收结构和渗透液体的聚丙烯顶层片(渗透液体片)按照这种次序用双面胶带互相固定在一起,然后向制得的产品上安上两个带扣,由此制得吸收制品(即一次性尿布)。吸收制品的重量为51克。

将这种吸收制品安装在在 Kewpie(商标)娃娃(身高: 55 厘米, 重: 5 千克)上, 让该娃娃脸朝下躺着。之后,在吸收制品和娃娃间插入一支管子,在相当于人们排 放尿液的部位,每 20 分钟注入 50 毫升生理盐水溶液。当注入的生理盐水溶液不再 被吸收制品吸收而开始泄漏时,结束该注入操作,记录注入次数。

结果列于表 2, 注入次数为 6(总的注入量=300 毫升)。

#### 实施例 12

5

10

15

按照和实施例 11 相同的方式制得吸收制品,不同之处,用实施例 6 制得的吸水 组合物(6)代替实施例 1 的吸水组合物。吸收制品重量为 51 克。

按照和实施例 11 相同的方式测定吸收制品,记录注入次数。结果列于表 2,注 入次数为 6(总的注入量=300 毫升)。

#### 比较例3

按照和实施例 11 相同的方式制得比较例吸收制品,不同之处,是用比较例 1 制 得的比较吸水剂(比较吸水剂(1))代替实施例 1 制得的吸水组合物,这一吸收制品重 量为 51 克

按照和实施例 11 相同的方式测定吸收制品,记录注入次数。结果列于表 2,注 入次数为 5(总的注入量=250 毫升)。

#### 比较例 4 20

按照和实施例 11 相同的方式制得比较例吸收制品,不同之处,是用比较例 2 制 得的比较吸水剂(比较吸水剂(2))代替实施例 1 的吸水组合物,这一吸收制品重量为 51 克

按照和实施例 11 相同的方式测定吸收制品,记录注入次数。结果列于表 2,注 入次数为 5(总的注入量=250 毫升)。 25

	表	2
	注入次数	总注入量(毫升)
实施例 11	6	300
实施例 12	6	300
比较例3	5	250
比较例 4	5	250
::*	7	0